

AEMAC

ASOCIACIÓN ESPAÑOLA DE MATERIALES COMPUESTOS



MATERIALES COMPUESTOS 15

**ACTAS DEL XI CONGRESO NACIONAL
DE MATERIALES COMPUESTOS**

Móstoles (Madrid), 6, 7 y 8 de julio de 2015

Editores:

Alejandro Ureña Fernández (URJC)

Jacinto Tortosa Lozano (FIDAMC)

Josep Costa Balanzat (AEMAC)

**AEMAC, JUNTA DIRECTIVA****Presidente:**

Josep Costa Balanzat
Universidad de Girona

Secretario General:

Carlos Daniel González Martínez
Imdea Materiales

Vocales:

Enrique Barbero Pozuelo
Universidad Carlos III de Madrid

Alfonso Corz Rodríguez
Universidad de Cádiz

Alfredo Güemes Gordo
Universidad Politécnica de Madrid

Maria Lluïsa MasPOCH
Universidad Politécnica de Cataluña

Federico París Carballo
Universidad de Sevilla

José María Pastor Barajas
Universidad de Valladolid

José Luis Pérez Aparicio
Universidad Politécnica de Valencia

Jacinto Tortosa Lozano
FIDAMC

Alejandro Ureña Fernández
Universidad Rey Juan Carlos

Jaime A. Viña Olay
Universidad de Oviedo

**COMITÉ ORGANIZADOR
DEL CONGRESO****Presidente:**

Alejandro Ureña (URJC)
Jacinto Tortosa (FIDAMC)
Josep Costa (AEMAC)

Secretaría:

María Sánchez (URJC)
Cristina Alia (FIDAMC)

Vocales:

Joaquín Rams (URJC)
Silvia González-Prolongo (URJC)
Mónica Campo (URJC)
Alberto Jiménez-Suárez (URJC)
Sofía Delgado (FIDAMC)
Silvia Lazcano (Airbus Group)

Depósito Legal: M-20088-2015

ISBN: 978-84-697-0406-6

Producción: PIXEL CPG



Universidad
Rey Juan Carlos
Servicio de Publicaciones



Vacuum bag leakage detection by helium means

Y. Míguez, A. Pérez, J. Jordán, G. Galera, L. Álvarez-Antoñón, A. Gordo 487

HiTape®: A new efficient composite technology for primary aircraft structures

H. Girardy, J.M Beraud 491

MATERIALES COMPUESTOS DE MATRIZ CERÁMICA Y CEMENTICIA

Utilización de fibras de neumático fuera de uso en composites con base cemento activado alcalinamente

E. Gudiel, J. Paya, J. Monzó, V. Borrachero, N. Bouzón. 497

Caracterización físico-mecánica de materiales compuestos de matriz cementicia con aligerantes de construcción

**T. V. Esquerdo Lloret, J. Carbajo San Martín, J. Ramis Soriano,
A.V. Nadal-Gisbert, M.A. Peydro-Rasero** 503

Caracterización físico-mecánica de materiales compuestos de matriz yesosa reforzada con fibras poliméricas

**C. Puchades Gonzalez, A.V. Nadal-Gisbert, O. Gutiérrez Moscardó,
E. Fages Santana** 509

Propiedades mecánicas de escayolas reforzadas con fibras sintéticas, recicladas y naturales

**A.V. Nadal-Gisbert, J.M. Gadea, J.E. Crespo, J.G. Segura, E. Juliá,
P. Brotons Jover** 515

Análisis de la fiabilidad de materiales compuestos de matriz de arcilla cocida con 20% escoria de aluminio

R. Martín, M. Cisneros, L.E.G. Cambroner, JM Ruiz-Román 521

Composites de vidrio oxycarburo de silicio/carbono

M.A. Mazo, A. Tamayo, F. Rubio, J. Rubio 527

Composites de matriz vitrocerámica (LAS) reforzados con SiC para colectores solares de alta concentración

N. Cornejo, A. Tamayo, M. A. Mazo, L. Pascual, F. Rubio, J. Rubio 533

MATERIALES COMPUESTOS DE MATRIZ METÁLICA

Comportamiento a desgaste y flexión de materiales compuestos de matriz de magnesio reforzados con partículas de SiC

S. García-Rodríguez, A. J. López, J. Rams, B. Torres 541

Recubrimiento anticorrosión por oxidación electrolítica con plasma en materiales compuestos AZ91/SiCp

**B. Mingo, R. Arrabal, A. Pardo, E. Matykina, M.C. Merino,
M. Mohedano, A. Rivas** 547

Aplicación de las técnicas coloidales al procesamiento de cermets acero/Ti(C,N) en agua

J. A. Escribano, E. Gordo, A. J. Sanchez-Herencia, B. Ferrari 553



Aplicación de las técnicas coloidales al procesamiento de cermets Acero/Ti(C,N) en agua

J.A. Escribano¹, E. Gordo², A.J. Sanchez-Herencia¹, B. Ferrari¹

1. Instituto de Cerámica y Vidrio, CSIC, España.
2. Departamento de Ciencia e Ingeniería de Materiales, Grupo de investigación GTP, Universidad Carlos III de Madrid, España.

jescribano@icv.csic.es

RESUMEN

Las técnicas de procesamiento coloidal han demostrado en numerosas ocasiones su efectividad para la obtención de materiales compuestos con elevado grado de homogeneidad estructural y reproducibilidad a bajo coste. A pesar de sus grandes virtudes, estas técnicas de procesamiento han recibido escasa atención en el procesamiento de materiales metálicos, debido principalmente a la tendencia a la oxidación de los metales en agua y a su elevada densidad, lo que dificulta la preparación de suspensiones estables. Sin embargo, en trabajos anteriores se ha reportado la obtención de materiales compuestos con matrices basadas en Fe reforzados con Ti(C,N), que presentaban características superiores a las de materiales de similar composición obtenidos mediante pulvimetalurgia convencional. Estos cermets de acero/Ti(C,N) son materiales que presentan bajas densidades y excelentes propiedades mecánicas, lo que les hace idóneos para su utilización como herramientas de corte a altas temperaturas.

En este trabajo se aúnan las técnicas de preparación de suspensiones coloidales y el procesamiento pulvimetalúrgico, mediante el diseño de gránulos por atomización. La atomización es una técnica ampliamente empleada en tecnología relacionada con el procesamiento de polvos, que permite la generación de gránulos a partir de polvos de menor tamaño, modificando las propiedades de prensado de los polvos precursores. El resultado es un nuevo polvo que fluye y puede ser empleado en las rutas de conformado pulvimetalúrgico habituales, como el prensado. Los métodos de granulado por vía húmeda, en conjunción con las técnicas coloidales de preparación de suspensiones, permiten obtener gránulos muy homogéneos con una elevada dispersión de fases. De esta forma es posible obtener compuestos de Acero/Ti(C,N) con elevado contenido en refuerzo cerámico y prestaciones mejoradas (densidad, dureza y desgaste) que no podrían obtenerse mediante el prensado directo de polvos.

PALABRAS CLAVE: Ti(C,N), acero, propiedades mecánicas, procesamiento, atomización.



1. INTRODUCCIÓN

Los cermetes basados en Ti(C,N) son excelentes materiales empleados como herramientas de corte de alta velocidad gracias a su baja densidad, elevada resistencia química, al desgaste y dureza [1, 2]. Las propiedades de estos materiales están fuertemente relacionadas con sus microestructuras y por tanto con sus métodos de procesamiento. Uno de los métodos de procesamiento más empleados para este tipo de composiciones es la vía pulvimetalúrgica, la cual presenta serias limitaciones debido a la baja compresibilidad del Ti(C,N) y la baja mojabilidad del acero con el Ti(C,N) durante la sinterización, lo cual dificulta la obtención de materiales con microestructuras homogéneas y alto contenido de refuerzo cerámico [3]. En este sentido, se plantean técnicas de procesamiento alternativas, como el procesamiento a través de suspensiones coloidales, para obtener materiales compuestos con alta dispersión de las fases y mejorar las condiciones de sinterización [4-7]. En procesamiento coloidal, es necesario estudiar la estabilidad y dispersión de los polvos en el medio de dispersión así como caracterizar el comportamiento reológico de las suspensiones. Sin embargo, este conjunto de técnicas por sí solo presenta a su vez ciertas limitaciones como puede ser la baja densidad de los materiales en verde, una vez compactados. Por ello, las condiciones óptimas de procesamiento de este material sería obtener la dispersión de las fases que proporciona las técnicas coloidales y la densidad del material final del procesamiento pulvimetalúrgico.

Como se ha mencionado anteriormente, los cermetes de acero reforzados con Ti(C,N) presentan baja mojabilidad entre las fases durante la sinterización. En un trabajo reciente llevado a cabo por P. Alvaredo y colaboradores [8], se estudia el efecto de la adición de carbono en la microestructura de un material 50/50 430L/ Ti(C,N) procesado por vía pulvimetalúrgica durante el sinterizado. En dicho trabajo se concluyó que la adición de carbono incrementa la dureza del material al mejorar el mojado del acero con el Ti(C,N) , obteniéndose un máximo de dureza para la adición de 0,5% en peso de carbono (C). Por ello se consideró la inclusión de C en la formulación de las suspensiones mezcla 430L/ Ti(C,N) para la generación de gránulos.

En este trabajo se estudia el procesamiento de materiales tipo cermet 430L/ Ti(C,N) , mediante el prensado de gránulos obtenidos por atomización de suspensiones coloidales en agua. Los materiales obtenidos con diferentes contenidos en refuerzo cerámico (50% y 70%) han sido caracterizados en función de su microestructura y densidad.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Los materiales estudiados en este trabajo fueron obtenidos a partir de la atomización de suspensiones coloidales con alto contenido de sólidos. Para la preparación de estas suspensiones se utilizaron polvos comerciales: acero 430L SM (Sandvick, Suecia) con un tamaño medio de $11\text{ }\mu\text{m}$, y densidad de $7,7\text{ g/cm}^3$; y Ti(C,N) (H.C. Starck GmbH, Alemania) con un tamaño medio de $2,44\text{ }\mu\text{m}$ y una densidad de $5,10\text{ g/cm}^3$. Las suspensiones se prepararon al 50% en volumen de sólidos tal y como se describe en trabajos anteriores [4]. Estas suspensiones se mezclaron en diferentes proporciones para obtener materiales con 50% y 70% de volumen cerámico (denominadas a partir de ahora 50TiCN y 70TiCN, respectivamente). Con el objetivo de optimizar las



propiedades mecánicas del material, además de estas suspensiones, se preparó una suspensión de 70TiCN con 0,5% en peso de C. Para ello se añadió sobre la suspensión del 50% en volumen de 70TiCN, una suspensión de 10 g/L de C en etanol, preparada como describen L. Dusoulier y colaboradores [9].

La atomización de las suspensiones se llevó a cabo con un 2% en peso de alcohol de polivinilo (PVA) en el equipo Labplant SD-05 (Alemania) siguiendo las condiciones empleadas por R.G. Neves y colaboradores [5]. Los gránulos así obtenidos fueron procesados mediante prensado uniaxial y sinterizados a 1450°C durante una hora en vacío (10^{-5} atm). La microestructura de las piezas obtenidas se estudió por observación directa mediante microscopía electrónica de barrido (MEB). La dureza de las muestras se determinó mediante indentación Vickers (HV30), empleando 30kg de carga y realizando entre 7 y 10 indentaciones por muestra.

3. RESULTADOS

Las suspensiones descritas en el apartado anterior fueron atomizadas. En la Figura 1 se muestran las micrografías MEB de los gránulos obtenidos de composición 50TiCN (a), 70TiCN (b) y 70TiCN 0,5%C (c).

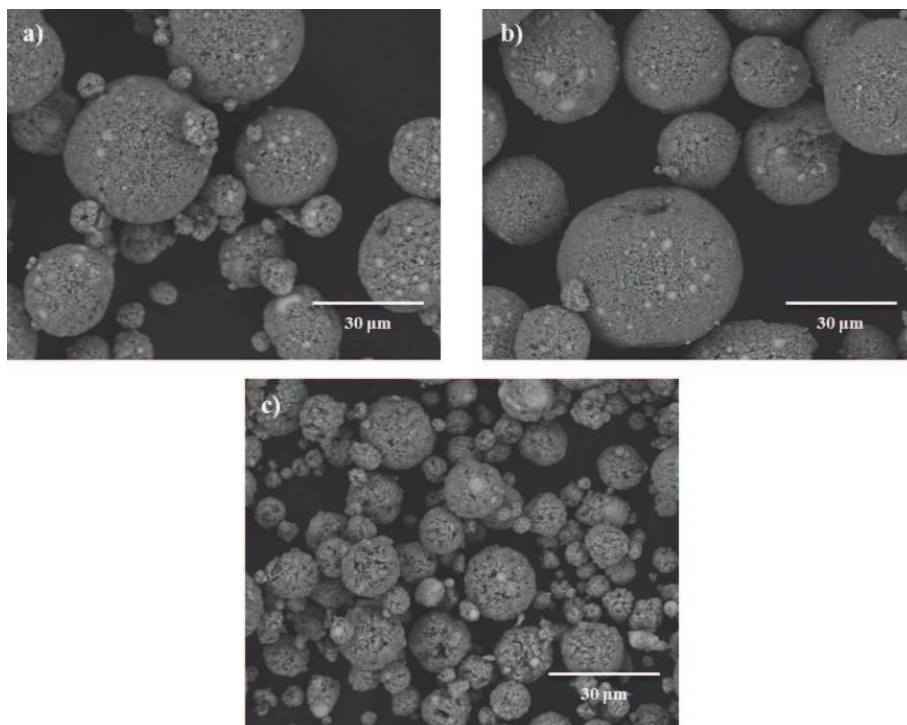


Fig. 1. Micrografía de los gránulos obtenidos mediante atomización de las composiciones a) 50TiCN, b) 70TiCN y c) 70TiCN con 0,5% de C

Como se puede observar en la Figura 1, los gránulos obtenidos para todas las composiciones muestran una morfología aproximadamente esférica y una elevada



homogeneidad en cuanto a su composición. Por otro lado, los gránulos correspondientes a la suspensión de 70TiCN con 0,5% de C (Figura 1c) muestran una mayor porosidad que las otras dos composiciones, debido a la adición de EtOH junto al C, el cual posee un punto de ebullición menor que el agua, por lo que seca más rápido que el agua. Los tamaños de los gránulos se midieron gráficamente empleando varias micrografías, resultando que los gránulos de 50TiCN muestran tamaños entre 14 μm y 60 μm ; mientras que los gránulos de 70TiCN son mayores, con tamaños de 45 μm y 180 μm ; y en el caso de la composición 70TiCN con 0,5% de C, los tamaños de gránulo que presentan son menores, entre 12 y 35 μm .

Las tres composiciones fueron procesadas mediante prensado uniaxial (70 MPa) y sinterizadas a 1450°C durante una hora en alto vacío (10^{-5} atm). En la Figura 2 se muestran las microestructuras de los cermetes sinterizados.

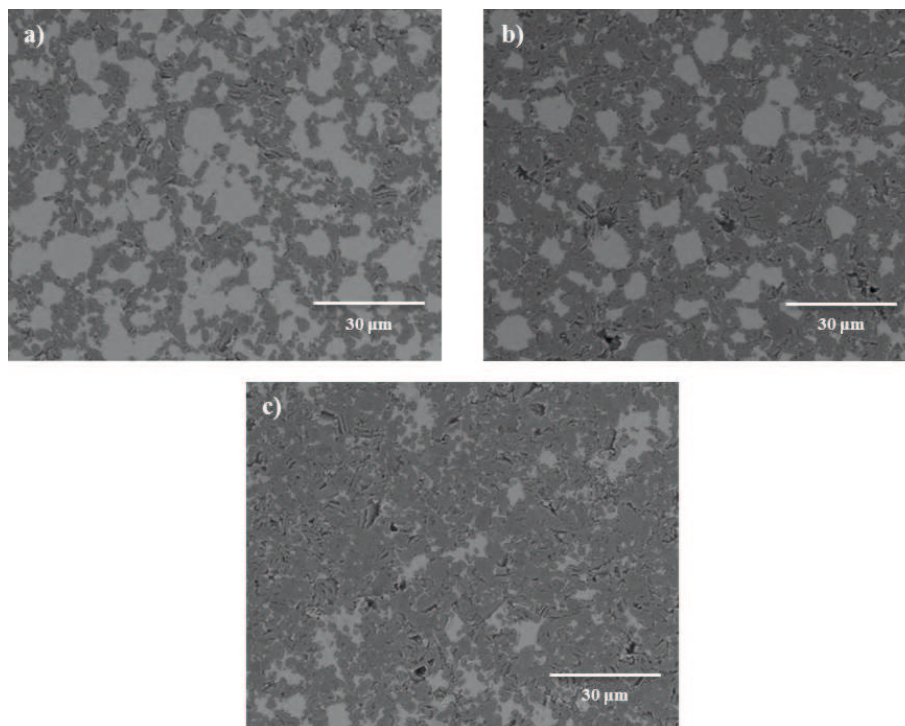


Fig. 2. Micrografía de microestructuras sinterizadas de los materiales de composición a) 50TiCN, b) 70TiCN y c) 70TiCN con 0,5% de C

Como se puede observar en las micrografías, las tres microestructuras muestran una clara dispersión de las fases, correspondiendo las áreas más claras a la matriz de acero y las más oscuras al Ti(C,N). Al comparar las tres micrografías se observa fácilmente el cambio del contenido de refuerzo cerámico del 50% en volumen (Figura 2a) al 70% (Figura 2 b y c). Tanto la pieza de 50TiCN como la de 70TiCN presentan áreas de 430L



aproximadamente esféricas que se corresponden al tamaño del polvo de partida (11 μm), mientras que la microestructura correspondiente a la pieza de composición 70TiCN con 0,5% de C se observa que estas áreas han sido reducidas. Esta diferencia microestructural se debe a que durante la sinterización, el C añadido se disuelve en el acero, disminuye su punto de fusión y mejora la mojabilidad de las fases [8], lo que provoca que la matriz esté mejor distribuida entre los granos de Ti(C,N). Las piezas fueron caracterizadas en función de su densidad y dureza, cuyos resultados se resumen en la Tabla 1; **Error! No se encuentra el origen de la referencia..**

Tabla 1. Valores de densidad y dureza de las piezas sinterizadas

Muestra	Densidad (%)	Dureza (HV30)
50TiCN	99	920 \pm 10
70TiCN	98	1030 \pm 10
70TiCN 0,5%C	96	1100 \pm 10

Del estudio de las densidades de las piezas se puede observar como el incremento en el contenido en Ti(C,N) disminuye la densidad del material como cabría esperar, ya que esta fase no se encuentra sinterizada en estas condiciones. En el caso de la pieza 50TiCN se ha alcanzado una densidad de 99% y una dureza de 919 HV30. Este valor de dureza supone un incremento del 40% con respecto al publicado por P. Alvaredo y colaboradores (535 HV30) [8], para una muestra con la misma composición procesado por prensado de polvos. Por otro lado la muestra 70TiCN presenta un valor de densidad del 98% y una dureza de 1032 HV30, lográndose obtener un material con alto contenido en refuerzo cerámico y alta densidad, a pesar de que la fase cerámica no se encuentra sinterizada en estas condiciones, y un aumento de la dureza del 7% con respecto a la pieza 50TiCN. Si estudiamos el efecto de la adición de carbono al sistema, la densidad de la pieza 70TiCN con 0,5% de carbono, la densidad de la pieza disminuye (96%), debido a la disminución del contenido en sólidos de la suspensión atomizada al adicionarse el carbono en suspensión (10g/L), sin embargo la dureza aumenta hasta 1106 HV30, lo que supone un incremento del 7% con respecto de la muestra 70TiCN.

4. CONCLUSIONES

En este trabajo se han obtenido gránulos homogéneos de 430L/Ti(C,N) con composiciones de 50TiCN, 70TiCN y 70TiCN con un 0,5%C, mediante la atomización de suspensiones estables formuladas a partir de técnicas coloidales. Los gránulos procesados mediante prensado y sinterizados presentaron valores de dureza de 920 HV30, 1030 HV30 y 1100 HV30 respectivamente.

La unión de las técnicas coloidales con el procesamiento pulvimetalúrgico ha permitido aumentar la dureza de la composición 50TiCN un 40% con respecto a composiciones iguales obtenidas por prensado de los polvos de partida, mejorando la dispersión de las fases en la microestructura. Además se ha logrado aumentar el contenido de refuerzo cerámico hasta un 70% en volumen al mejorarse las condiciones de compresibilidad de los polvos, el cual mediante el prensado convencional de polvos no es posible de obtener. El aumento en el contenido de Ti(C,N) supone un aumento de la dureza de las piezas de un 10%.



La incorporación del 0,5% de carbono a la estructura de la pieza 70TiCN provoca una mejora en las condiciones de sinterización, lo que repercute en una mayor dispersión de la matriz y un aumento de la dureza. Este valor de dureza se encuentra en el mismo rango que los materiales de WC/Co de composición similar [10].

AGRADECIMIENTOS

Este trabajo ha sido financiado por el CICYT a través de la concesión del proyecto MAT2012-38650-C02 y por el MULTIMAT-CHALLENGE Ref: P2013/MIT-2862.

REFERENCIAS

1. ORTNER, H.M., P. ETTMAYER, AND H. KOLASKA, *The history of the technological progress of hardmetals*. International Journal of Refractory Metals and Hard Materials, 2014. 44: p. 148-159.
2. PENG, Y., H. MIAO, AND Z. PENG, *Development of TiCN-based cermets: Mechanical properties and wear mechanism*. International Journal of Refractory Metals and Hard Materials, 2013. 39: p. 78-89.
3. LI, J., et al., *Experiment and modeling of mechanical properties on iron matrix composites reinforced by different types of ceramic particles*. Materials Science and Engineering A, 2010. 527(29-30): p. 7545-7551.
4. ESCRIBANO, J.A., et al., *FGM stainless steel-Ti(C,N) cermets through colloidal processing*. International Journal of Refractory Metals and Hard Materials Special Issue: International Conference on the Science of Hard Materials 10, 2015. 49(0): p. 143-152.
5. NEVES, R.G., et al., *Improvement of Ti processing through colloidal techniques C3 - Key Engineering Materials J2 - Key Eng Mat*. 520 ed. 1st International Conference on Powder Processing, Consolidation and Metallurgy of Titanium. 2012, Brisbane, QLD. 335-340.
6. NEVES, R.G., et al., *Colloidal approach for the design of Ti powders sinterable at low temperature*. Materials Letters J2 - Mater Lett, 2013. 107: p. 75-78.
7. ESCRIBANO, J.A., FERRARI, B., ALVAREDO, P., GORDO, E., SÁNCHEZ-HERENCIA, A. J., *Colloidal processing of Fe-based metalceramic composites with high content of ceramic reinforcement*. Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio, 2013. 52(6).
8. ALVAREDO, P., S.A. TSIPAS, AND E. GORDO, *Influence of carbon content on the sinterability of an FeCr matrix cermet reinforced with TiCN*. International Journal of Refractory Metals and Hard Materials, 2013. 36: p. 283-288.
9. DUSOULIER, L., et al., *YBa₂Cu₃O_{7-x} dispersion in iodine acetone for electrophoretic deposition: Surface charging mechanism in a halogenated organic media*. Journal of the European Ceramic Society, 2011. 31(6): p. 1075-1086.
10. HEGEMAN, J.B.J.W., J.T.M. DE HOSSON, AND G. DE WITH, *Grinding of WC-Co hardmetals*. Wear, 2001. 248(1-2): p. 187-196.